



INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS DE SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO, NO RENDIMENTO, UMIDADE E EFICIÊNCIA TÉRMICA, DO PRECURSOR A BASE DE Nb₂O₅

GABRIEL M. L. SANTOS¹, LAURA S. MORGON¹, WELLINGTON D. DE JESUS¹, LÍVIA CHAGURI^{1*}

¹Universidade de São Paulo, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Escola de Engenharia Química de Lorena

*e-mail: lchaguri@usp.br

RESUMO – O estudo da influência das variáveis de processo na obtenção de precursores em pó a base de nióbio utilizando um *spray dryer* constituiu o objetivo deste trabalho. A dispersão constituída por pentóxido de nióbio hidratado foi atomizada variando a temperatura do ar de secagem (100 a 170 °C), a vazão do ar (0,80 a 1,60 m³/min), e vazão de alimentação (0,15 a 0,45 L/h). Para tanto, o desenho dos experimentos foi realizado a partir do planejamento fatorial 2³, com 3 repetições no ponto central. A alimentação, após a etapa de filtração, apresentou 5,92 % de sólidos totais, e pH de 3,6. O rendimento variou de 16,6 a 49,1%, o conteúdo de umidade, em base seca, de 2,22 a 9,73% e a eficiência térmica de 12,8 a 41%. A análise estatística dos resultados indicou que para cada resposta, a influência da variável do processo foi diferente.

INTRODUÇÃO

Os materiais que em seu processo de fabricação contém nióbio são de grande interesse em diversos campos de pesquisa, uma vez que são empregados nas indústrias de alta tecnologia, em especial nos setores aeroespacial, metalúrgico e de eletroeletrônicos (Jaramillo-Páez et al., 2018). Quando o nióbio se apresenta como óxido de nióbio, mais precisamente, como pentóxido de nióbio (Nb₂O₅), suas propriedades químicas e físicas conferem ao material uma ampla faixa de aplicação, tais como sensor de gás (Devi et al., 2016), células solares (Panetta et al., 2017), catalisadores (Benitez et al., 2017) e fotocatalisadores (de Moraes et al., 2018) em diversos tipos de reações.

A grande variedade de métodos para produção de fotocatalisadores a base de Nb₂O₅, tais como deposição por vapor, método hidrotérmico, método Sol-Gel, método de precipitação, entre outros, tem efeito direto nas suas propriedades (de Moraes et al., 2018;

Jaramillo-Páez et al., 2018; Lopes et al., 2015). Na maioria desses métodos, uma etapa de secagem é necessária, sendo a secagem convectiva, geralmente realizada em estufa em que o fluido é ar quente, a forma mais utilizada (de Moraes et al., 2020). Outras técnicas de secagem, como por exemplo, micro-ondas (Auvray and Thuault, 2018), *spray drying* (de Moraes et al., 2020; Julklang et al., 2017; Liu and Zhou, 2015) e liofilização (Lolli et al., 2019), estão sendo estudadas a fim de melhorar as características destes materiais, uma vez que suas propriedades também sofrem uma forte influência das condições de operação e do tipo de processo térmico utilizado (Jaramillo-Páez et al., 2018). Dependendo de suas condições e procedimentos de secagem e/ou tratamento térmico, fatores como estrutura, grau de cristalização, morfologia, entre outros, podem sofrer mudanças significativas. Neste sentido, alguns trabalhos apontam que a secagem por atomização para a produção de fotocatalisadores pode ser um método interessante, devido à sua contribuição nas propriedades do material, sendo possível obter

um material de melhor qualidade, aumentando a escala de produção (de Moraes et al., 2020; Huo et al., 2013; Yuan et al., 2017).

O presente trabalho tem como objetivo a aplicação do processo de secagem por atomização em *spray dryer*, em substituição a etapa de secagem em estufa convencional, bem como o estudo da influência das condições do processo de secagem no conteúdo de umidade do produto, rendimento do processo e eficiência térmica, na obtenção de precursores a base de pentóxido de nióbio que, futuramente, dão origem a materiais com propriedades fotocatalíticas.

MATERIAIS E MÉTODOS

A mistura reacional ou dispersão, foi elaborada da seguinte forma: inicialmente foi preparada uma solução de hidróxido de potássio (KOH) com 8,5 g de cristais de KOH, pesados em balança de precisão $\pm 0,01$ g (BEL, modelo S3102) e 50 mL de água deionizada. Adicionou-se a esta solução 0,1875 g de lignina e 0,0625 g de celulose, ambos em pó, pesados em balança analítica $\pm 0,0001$ g (Shimadzu, ATX224).

Uma mistura de 35 mL de uma solução de íons de nióbio (preparada pela a adição de HF e HNO₃, ao nióbio metálico) e 15 mL de água deionizada foi adicionada, sob agitação constante, a solução de KOH, lignina e celulose. Nesta etapa, ocorreu a precipitação e a formação da dispersão de xerogel de carbono e Nb₂O₅. A dispersão foi mantida em agitação em agitador magnético (Tecnal, modelo TE-080) até o momento da realização das etapas de lavagem e filtração. As etapas de filtração à vácuo e lavagem da dispersão, ocorreram de forma simultânea. A bomba de vácuo (Tecnal, modelo TE-058) foi mantida sob pressão média de 90 mmHg e a dispersão foi lavada com água deionizada até que o valor do pH do filtrado fosse constante.

A torta retida no papel filtro, foi dispersa novamente, adicionando-se um volume total de 60 mL de água deionizada. Após esta adição, obteve-se uma dispersão de aproximadamente 75 mL, pronta para ser alimentada no secador tipo *spray dryer* (LabMaq, modelo MSD 0.5).

Para cada ensaio, foram determinados, sólidos totais e pH da dispersão antes e após as etapas de filtração e lavagem.

Uma amostra da dispersão entre 0,700g e 0,850g foi colocada em analisador de umidade (OHAUS, modelo MB25) para determinação dos sólidos totais.

O pH foi medido por leitura direta no pHmetro (Tecnal, modelo R-TEC7-MP), sob agitação constante.

O desenho dos experimentos foi feito a partir do planejamento fatorial 2³ com 3 repetições no ponto central (representados pelas letras a, b, c) apresentado na Tabela 1. O planejamento foi realizado por duplicado, totalizando 22 ensaios. O objetivo do planejamento experimental foi avaliar os efeitos de cada um dos fatores, isto é, temperatura de entrada (T_E), vazão de ar de secagem, (Q_{ar}) e vazão da bomba de alimentação (Q_{bomba}), bem como os efeitos de suas interações nas respostas, portanto, rendimento do processo (R%) e umidade do final produto (X, em base seca).

Tabela 1: Valores de temperatura de entrada, vazão de ar de secagem e vazão da bomba de alimentação do processo de secagem por *spray dryer* para um planejamento fatorial 2³ com 3 repetições no ponto central (representado pelas letras a, b, c).

Ensaio	T _E (°C)	Q _{ar} (m ³ /min)	Q _{bomba} (L/h)
1	100	0,8	0,15
2	170	0,8	0,15
3	100	1,6	0,15
4	170	1,6	0,15
5	100	0,8	0,45
6	170	0,8	0,45
7	100	1,6	0,45
8	170	1,6	0,45
9 ^a	135	1,2	0,30
9 ^b	135	1,2	0,30
9 ^c	135	1,2	0,30

Para cada ensaio de secagem, realizado conforme condições experimentais apresentadas na Tabela 1, o béquer com a dispersão de alimentação foi colocado em banho de ultrassom (Eco-sonics, modelo Q5.9L) a fim de evitar a precipitação dos sólidos no fundo do recipiente. O transporte da

dispersão até o bico aspersor do *spray dryer*, foi realizado por uma bomba acoplada ao equipamento, por meio de uma mangueira de silicone.

Para manter uma boa qualidade no processo, a pressão de entrada do ar comprimido (5 bar) foi mantida constante. O bico atomizador utilizado foi o de menor abertura, 0,7 mm.

Uma vez finalizada a secagem, as amostras em pó, separadas e recolhidas pelo ciclone (finos), foram pesadas em balança analítica $\pm 0,0001$ g (Shimadzu, modelo ATX224).

A umidade do produto, em base úmida, foi determinada no analisador de umidade (OHAUS, modelo MB25). O ensaio foi realizado a 100 °C com uma quantidade mínima de amostra de 0,550 g e máxima de 0,900 g. A umidade em base úmida foi convertida para base seca, mediante a seguinte expressão:

$$X_{BS} = \frac{X_{BU}}{(1 - X_{BU})} \quad (1)$$

em que: X_{BS} é a umidade em base seca (g água/g sólido) e X_{BU} é a umidade em base úmida (g água/g sólido úmido).

A partir dos valores de massa da dispersão de alimentação no secador, massa do pó obtido, sólidos totais da dispersão e umidade, em base seca, do pó, determinou-se o rendimento com a expressão:

$$R(\%) = \left(\frac{m_{pó} \cdot (1 - X_{pó})}{m_{dispersão} \cdot (1 - ST)} \right) \cdot 100 \quad (2)$$

em que: R é o rendimento do processo (%), X é a umidade em base seca (g água/g sólido seco), ST é a quantidade de sólidos totais presentes na dispersão (g), m é a massa (g) e os subíndices *pó* e *dispersão*, se referem ao produto seco e a alimentação, respectivamente.

A eficiência térmica do *spray dryer* (η_T) foi calculada, assumindo o processo de secagem adiabático, portanto, as perdas de calor foram consideradas insignificantes (Mujumdar, 2006):

$$\eta_T = \left(\frac{T_e - T_s}{T_e} \right) \times 100 \quad (3)$$

em que, η_T é a eficiência térmica (%), T_e é a temperatura de entrada do ar no secador (°C), T_s é a temperatura de saída do ar no secador (°C).

Para tanto, foram registrados em intervalos de tempo regulares, a cada minuto, a temperatura de entrada do ar de secagem (T_e), a temperatura de saída do ar de secagem (T_s), a temperatura ambiente (T_{amb}) e a umidade relativa do ar, ao longo da operação de secagem.

Entretanto, para o cálculo da eficiência térmica uma diminuição de 10 % da temperatura de entrada foi considerada, devido à infiltração de ar frio na entrada. Portanto, a temperatura de entrada foi corrigida segundo a correlação:

$$T_{ec} = (0,90 \times T_e) + (0,10 \times T_{amb}) \quad (4)$$

sendo: T_{ec} a temperatura de entrada do ar corrigida (°C) e T_{amb} a temperatura do ar ambiente (°C).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de sólidos totais e pH da dispersão, antes e após a filtração, podem ser observados na Tabela 2.

Tabela 2: Valores de sólidos totais e pH para a dispersão antes e depois da filtração e lavagem da torta.

Ensaio	Antes filtração		Após filtração	
	ST (%)	pH	ST (%)	pH
1	12,03	6,52	6,45	3,27
2	10,90	6,48	6,83	3,65
3	13,25	6,54	5,88	3,60
4	10,79	6,45	6,25	3,61
5	10,90	6,40	7,06	3,60
5	12,25	6,46	5,23	3,66
6	10,83	6,51	5,52	3,66
7	11,88	6,44	4,90	3,61
8	10,39	6,38	5,26	3,62
9a	10,00	6,44	5,19	3,63
9b	13,64	6,52	6,43	3,57
9c	13,64	6,52	6,00	3,30
Média	11,71	6,47	5,92	3,57

Com relação a quantidade de sólidos totais, é notável a perda de sólidos durante as etapas de lavagem e filtração, uma vez que houve uma redução deste parâmetro de $11,71 \pm 1,27$ % para $5,92 \pm 0,70$ %, antes e após estas etapas, respectivamente. Comportamento similar é observado com relação ao pH, reduzindo de $6,47 \pm 0,05$ para $3,57 \pm 0,13$ antes e após as etapas de filtração e lavagem, respectivamente. A quantidade de KOH adicionada a dispersão não aumenta o valor de pH, para que a mesma apresente um caráter básico (valor do pH médio após a formação da dispersão é de 6,47). Portanto, com relação aos sólidos totais, a realização da etapa de filtração e lavagem impacta na quantidade final do produto (rendimento). Já a diminuição do pH indica a retirada do excesso de KOH da dispersão, permanecendo a característica ácida da dispersão, principalmente após a filtração e lavagem. Estes resultados parecem indicar que após as etapas de filtração, lavagem e redispersão da torta, com água deionizada, a alimentação acentua seu caráter ácido, indicando a presença de algum componente desta natureza, uma vez que ácido fluorídrico e ácido nítrico são utilizados para produzir a solução de íons de nióbio.

Os resultados de rendimento e umidade do produto, em base seca, são apresentados na Tabela 3, para o planejamento experimental realizado.

Tabela 3: Rendimento e umidade (base seca) do produto final, obtido de acordo com o planejamento experimental 2³.

Ensaio	R(%)	X(%)
1	$49,09 \pm 8,60$	$4,79 \pm 0,30$
2	$53,44 \pm 9,24$	$2,22 \pm 0,65$
3	$16,60 \pm 5,96$	$4,43 \pm 0,88$
4	$25,56 \pm 2,50$	$3,86 \pm 0,26$
5	$28,00 \pm 5,89$	$9,73 \pm 1,28$
6	$42,43 \pm 0,75$	$3,23 \pm 0,44$
7	$34,84 \pm 12,23$	$4,48 \pm 0,95$
8	$46,49 \pm 3,02$	$2,43 \pm 0,80$
9a	$43,03 \pm 4,76$	$2,36 \pm 0,95$
9b	$32,32 \pm 3,64$	$2,76 \pm 0,08$

9c	$30,35 \pm 3,54$	$3,11 \pm 0,68$
----	------------------	-----------------

As amostras produzidas com as condições experimentais referentes aos ensaios 3, 4, 5 e 7, foram as que apresentaram menor rendimento, inferior a 30%. Já as amostras referentes aos ensaios, 1, 2, 6 e 8, foram as que apresentaram maior rendimento, acima de 40%. As amostras referentes ao ponto central, 9 (a, b, c), apresentaram rendimento médio de $35,23\% \pm 3,98$ e conteúdo de umidade médio de $2,66\% \pm 0,96$. Com relação ao conteúdo de umidade, as amostras referentes aos ensaios, 1, 5 e 7 apresentaram o maior valor para este parâmetro, $4,53\% \pm 0,08$ (média entre 1 e 7) e de $10,65\%$ para a amostra 5. O restante das amostras (2, 3, 4, 6, e 8) apresentaram conteúdo de umidade médio de $2,93\% \pm 1,03$. Os desvios-padrão para umidade foram menores que 1,28%, já para o rendimento, em alguns experimentos, o desvio apresentado foi maior que 8%, sendo necessário mais uma repetição dos ensaios 1, 2 e 7.

Durante a realização dos ensaios, foram monitoradas e registradas, em intervalos de tempo regulares, as temperaturas do ar: ambiente, entrada e saída do secador. A temperatura média ambiente foi de $24,62 \pm 0,24$ com umidade relativa de $58,97\% \pm 0,95$. A média dos valores da temperatura de entrada e saída do ar, bem como seus respectivos desvios, podem ser observados na Tabela 4, para cada batelada realizada.

Tabela 4: Temperatura de entrada e saída do ar de secagem de acordo com o planejamento experimental 2³.

Ensaio	T _e (°C)	T _s (°C)
1	$100,0 \pm 0,2$	$75,3 \pm 1,2$
2	$170,1 \pm 0,4$	$110,8 \pm 1,0$
3	$100,1 \pm 0,2$	$83,4 \pm 0,6$
4	$170,4 \pm 0,3$	$138,8 \pm 1,1$
5	$100,1 \pm 0,2$	$55,3 \pm 1,1$
6	$170,2 \pm 0,2$	$108,8 \pm 0,8$
7	$100,1 \pm 0,2$	$72,6 \pm 0,7$
8	$169,9 \pm 0,3$	$129,8 \pm 0,9$
9a	$135,1 \pm 0,3$	$99,9 \pm 0,8$
9b	$135,1 \pm 0,3$	$103,5 \pm 0,7$
9c	$135,1 \pm 0,4$	$100,7 \pm 0,5$

As temperaturas de entrada, que foram controladas durante o processo de secagem,

apresentaram desvios na segunda casa decimal, indicando que o controle de temperatura foi efetivo. As temperaturas de saída, que foram registradas ao longo do processo, apresentaram desvios maiores, comparados aos desvios da temperatura de entrada. No entanto, seus valores foram inferiores a 1,2.

Com os valores de temperatura (entrada e saída do ar), a eficiência térmica de cada ensaio, calculada com a temperatura de entrada corrigida (equações 3 e 4), encontra-se na Tabela 5. Os maiores valores de eficiência térmica encontrados foram para os ensaios, 5 e 6 e para os ensaios 2 e 7. A média da eficiência térmica, para o restante dos ensaios foi inferior a 20%. Já a média da eficiência térmica para o ponto central foi de $18,4\% \pm 1,9$.

Tabela 5: Eficiência térmica de cada ensaio realizado, planejamento experimental 2³.

Ensaio	η_T (%)
1	$18,5 \pm 2,5$
2	$28,8 \pm 13,9$
3	$9,8 \pm 0,0$
4	$12,8 \pm 1,7$
5	$41,0 \pm 2,0$
6	$30,1 \pm 3,2$
7	$21,5 \pm 2,5$
8	$16,5 \pm 1,9$
9a	$19,5 \pm 4,6$
9b	$16,9 \pm 0,4$
9c	$18,8 \pm 0,6$

A partir das análises dos efeitos foi possível verificar se a temperatura de entrada do ar de secagem, vazão da bomba e vazão de ar de secagem, afetaram significativamente ($p < 0,05$) o rendimento, umidade e eficiência térmica na secagem do precursor a base de pentóxido de nióbio. As variáveis do processo que influenciaram significativamente o rendimento foram: interação da vazão de ar com a vazão da bomba, vazão de ar e temperatura e, conforme pode ser observado no diagrama de Pareto representado na Figura 1.

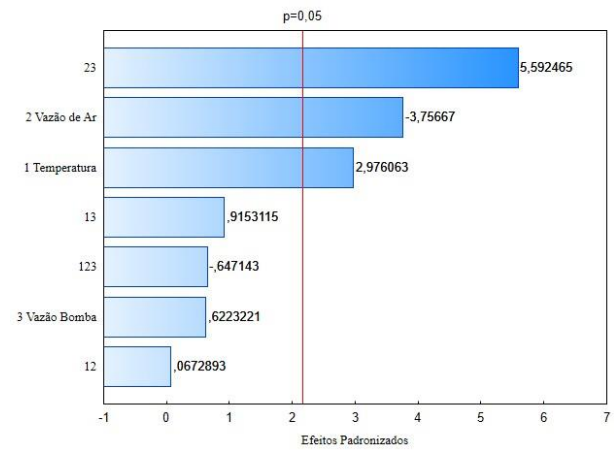


Figura 1: Gráfico de Pareto dos efeitos padronizados para o rendimento.

Já as variáveis do processo que influenciaram significativamente o conteúdo de umidade foram: temperatura, e as três interações entre dois fatores, sendo estas: vazão de ar e da bomba, temperatura e vazão de ar e temperatura e vazão da bomba, conforme pode ser observado no diagrama de Pareto representado na Figura 2.

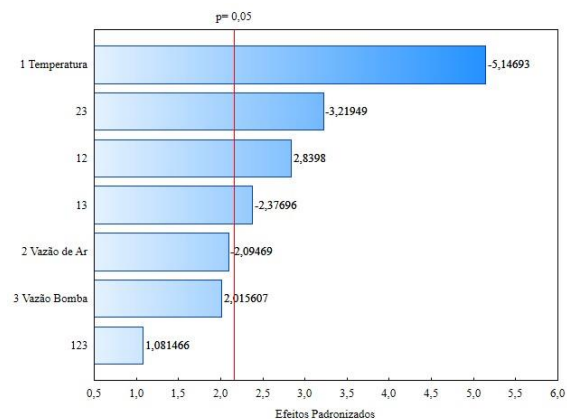


Figura 2: Gráfico de Pareto dos efeitos padronizados para a umidade.

Finalmente, para a eficiência térmica, as variáveis que tiveram influência para este parâmetro foram: vazão de ar e da bomba e a interação da temperatura com a vazão da bomba, conforme pode ser observado no diagrama de Pareto representado na Figura 3.

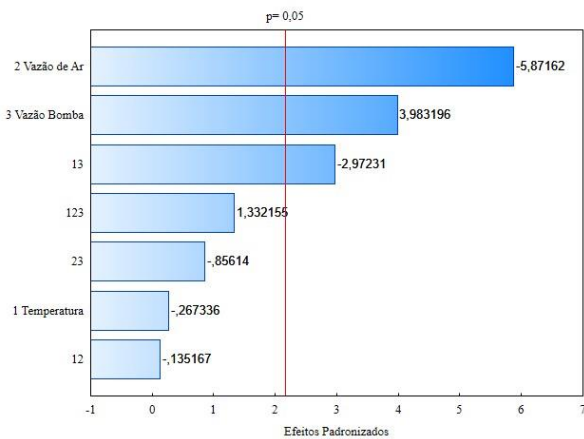


Figura 3: Gráfico de Pareto dos efeitos padronizados para a eficiência térmica.

A análise de variância (ANOVA) para as variáveis de resposta rendimento e eficiência térmica, resultaram em uma curvatura não significativa ($p = 0,853$ e $p = 0,120$, respectivamente). Os modelos matemáticos, descritos pelas equações 5 e 6, aplicados ao rendimento e eficiência térmica, respectivamente, se ajustaram aos dados experimentais, indicando significância estatística ao nível de 95% de confiança.

$$R\% = 125,7 - 0,136T_e - 81,5\dot{Q}_{ar} - 292\dot{Q}_{bomba} + 0,157T_e \cdot \dot{Q}_{ar} + 0,879T_e \cdot \dot{Q}_{bomba} + 218\dot{Q}_{ar} \cdot \dot{Q}_{bomba} - 0,498T_e\dot{Q}_{ar} \cdot \dot{Q}_{bomba} \quad (5)$$

$$\eta_T\% = -39,9 + 0,495T_e + 20,4\dot{Q}_{ar} + 275\dot{Q}_{bomba} - 1,635T_e \cdot \dot{Q}_{bomba} - 123,1\dot{Q}_{ar} \cdot \dot{Q}_{bomba} + 0,782T_e\dot{Q}_{ar} \cdot \dot{Q}_{bomba} \quad (6)$$

A confiabilidade dos modelos não pode ser analisada somente em função da curvatura não ser estatisticamente significativa. Os modelos podem ser utilizados para estimar os valores das variáveis independentes que apresentem resultados confiáveis para a variável resposta. Desse modo, a influência das variáveis do processo de secagem por *spray dryer* no rendimento, umidade e eficiência térmica, para o precursor fotocatalítico a base de pentóxido de nióbio, será complementada pela análise dos gráficos de superfície de respostas, que serão futuramente obtidos.

A dispersão (alimentação) após a realização da etapa de filtração e lavagem com água, apresentou redução do pH e da quantidade de sólidos totais. A dispersão que foi alimentada no *spray dryer* foi caracterizada por apresentar uma média dos valores de sólidos totais de 5,92% e de 3,57 de pH.

Do planejamento fatorial 2^3 , com 3 repetições no ponto central foi possível verificar, através do diagrama de Pareto, que para o rendimento do processo as variáveis que afetaram significativamente foram: combinação da vazão da bomba com a vazão de ar, vazão de ar e temperatura. O conteúdo de umidade teve maior influência da temperatura de entrada e por diferentes combinações entre temperatura, vazão de ar e vazão da bomba. Já a eficiência térmica teve influência significativa da vazão de ar, vazão da bomba e da combinação entre temperatura e vazão da bomba.

Das condições ensaiadas, 44,4% apresentaram rendimento superior a 40%, 44,4% apresentaram rendimento inferior a 30% e 11,2% (correspondentes ao ponto central) apresentaram rendimento médio de 35,2%. Algumas condições experimentais apresentaram desvios superiores a 8%, sendo necessário repetir alguns ensaios. Para eficiência térmica, observou-se os maiores valores (acima de 21%) ocorreram para 44,4% do ensaios realizados. Para o conteúdo de umidade, observou-se que para 55,5% dos ensaios realizados as amostras apresentaram baixo valor para esta propriedade, sendo a média deste parâmetro, correspondente a essa porcentagem de ensaios, de 2,93%, em base seca.

A análise de variância (ANOVA) para as variáveis de resposta rendimento e eficiência térmica, indicaram que a curvatura não foi significativa ($p = 0,853$ e $p = 0,120$, respectivamente). Os modelos matemáticos descritos, obtidos, aplicados ao rendimento e eficiência térmica, se ajustaram aos dados experimentais, indicando significância estatística ao nível de 95% de confiança. A obtenção dos gráficos de superfície de respostas será realizada para complementar a análise da variável de resposta.

CONCLUSÕES

REFERÊNCIAS

- AUVRAY, X., THUAULT, A. (2018), Effect of microwave drying, calcination and aging of Pt/Al₂O₃ on platinum dispersion. *Catalysts* 8, 1–8. <https://doi.org/10.3390/catal8090348>
- BENITEZ, V.M., de LIMA, S.P., do CARMO RANGEL, M., RUIZ, D., REYES, P., PIECK, C.L. (2017), Influence of the metallic content on Pt-Ir/Nb₂O₅ catalysts for decalin selective ring opening. *Catal. Today* 289, 53–61. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2016.10.04>
- de MORAES, N.P., ANSELMO, R.B., SARTOR, L.O., DANTAS, G.V.J., RODRIGUES, L.A., CHAGURI, L. (2020), Spray drying as feasible processing technique to enhance the photocatalytic activity of the Nb₂O₅/carbon xerogel composite. *Mater. Lett.* 273, 127932. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.127932>
- de MORAES, N.P., BACANI, R., SILVA, M.L.C.P., CAMPOS, T.M.B., THIM, G.P., RODRIGUES, L.A. (2018), Effect of Nb/C ratio in the morphological, structural, optical and photocatalytic properties of novel and inexpensive Nb₂O₅/carbon xerogel composites. *Ceram. Int.* 44, 6645–6652. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.01.073>
- DEVI, G.S., REDDY, P.S.P., RAMYA, K. (2016), Sol-Gel Derived ZnO: Nb₂O₅ Nanocomposite as Selective Hydrogen (H₂) Gas Sensor. *Mater. Today Proc.* 3, 224–229. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2016.01.061>
- HUO, R., KUANG, Y., ZHAO, Z., ZHANG, F., XU, S. (2013), Enhanced photocatalytic performances of hierarchical ZnO/ZnAl₂O₄ microsphere derived from layered double hydroxide precursor spray-dried microsphere. *J. Colloid Interface Sci.* 407, 17–21. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2013.06.067>
- JARAMILLO-PAEZ, C., SANCHEZ-FERNANDEZ, F.J., NAVIO, J.A., HIDALGO, M.C. (2018), Photo-induced processes on Nb₂O₅ synthesized by different procedures. *J. Photochem. Photobiol. A Chem.* 359, 40–52. <https://doi.org/10.1016/j.jphotochem.2018.03.040>
- JULKLANG, W., WANGRIYA, A., GOLMAN, B. (2017), Fabrication of layered double hydroxide microspheres by spray drying of nanoparticles: Effects of process conditions. *Mater. Lett.* 209, 429–432. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.08.067>
- LIU, Z., ZHOU, C. (2015), Improved photocatalytic activity of nano CuO-incorporated TiO₂ granules prepared by spray drying. *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.* 25, 334–341. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2015.07.005>
- LOLLI, A., BLOSI, M., ORTELLI, S., COSTA, A.L., ZANONI, I., BONICONTRO, D., CARELLA, F., ALBONETTI, S. (2019), Innovative synthesis of nanostructured composite materials by a spray-freeze drying process: Efficient catalysts and photocatalysts preparation. *Catal. Today* 334, 193–202. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2018.11.022>
- LOPES, O.F., DE MENDONÇA, V.R., SILVA, F.B.F., PARIS, E.C., RIBEIRO, C. (2015), Óxidos de nióbio: Uma visão sobre a síntese do Nb₂O₅ e sua aplicação em fotocatalise heterogênea. *Quim. Nova* 38, 106–117. <https://doi.org/10.5935/0100-4042.20140280>
- MUJUMDAR, A.S., 2006. *Handbook of Industrial Drying, Drying Technology*. CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781420017618>
- PANETTA, R., LATINI, A., PETTITI, I., CAVALLO, C. (2017), Synthesis and characterization of Nb₂O₅ mesostructures with tunable morphology and their application in dye-sensitized solar cells. *Mater. Chem. Phys.* 202, 289–301. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2017.09.030>
- YUAN, Y., FU, A., WANG, Y., GUO, P., WU, G., LI, H., ZHAO, X.S. (2017), Spray drying assisted assembly of ZnO

nanocrystals using cellulose as sacrificial template and studies on their photoluminescent and photocatalytic properties. *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.* 522, 173–182. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2017.02.068>